

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **62-242638**

(43)Date of publication of application : **23.10.1987**

(51)Int.Cl.

**C07C 43/12**

**B01J 31/04**

**C07C 41/22**

**C07C 43/13**

(21)Application number : **61-085692**

(71)Applicant : **NISSO YUKA KOGYO KK**

(22)Date of filing : **14.04.1986**

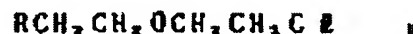
(72)Inventor : **KITAMURA SATOSHI  
UEMURA SHOJI  
HIDA TAKASHI**

## (54) PRODUCTION OF CHLORINATED ETHER COMPOUND

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain the titled compound useful as a raw material for organic industries advantageously, by hydrochlorinating hydroxyl group of diethylene glycol and 2-(2'-chloroethoxy)ethanol with hydrogen chloride in the presence of a carboxylic acid such as acetic acid, adipic acid, etc.

**CONSTITUTION:** In chlorinating hydroxyl group of an ether compound shown by formula I (R is OH or Cl), namely, diethylene glycol and 2-(2'-chloroethoxy) ethanol,, with hydrogen chloride, preferably 0.1W10wt% based on the compound shown by formula I of one or more carboxylic acids (e.g. benzoic acid, caproic acid, etc.) selected from carboxylic acid, especially 1W15C mono- or polycarboxylic acids, 6W15C alicyclic mono- or polycarboxylic acids, 7W15C aromatic mono- or polycarboxylic acids and hetero ring-containing mono- or polycarboxylic acids is present to give a chlorinated compound [e.g. 2-(2'- chloroethoxy) ethanol, etc.] shown by formula II.



L1 ANSWER 1 OF 1 CAPLUS COPYRIGHT 2008 ACS on STN  
 AN 1988:406092 CAPLUS  
 DN 109:6092  
 TI Preparation of chloroethyl ethers from hydroxyethyl ethers  
 IN Kitamura, Satoshi; Uemura, Shoji; Hida, Takashi  
 PA Nisso Petrochemical Industries Co., Ltd., Japan  
 SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 5 pp.  
 CODEN: JKXXAF  
 DT Patent  
 LA Japanese  
 FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	----	-----	-----	-----
PI	JP 62242638	A	19871023	JP 1986-85692	19860414 <--
PRAI	JP 1986-85692		19860414		
AB	<p>RCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>Cl (I; R = OH, Cl) were prepared by treating RCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH (II) with HCl in the presence of carboxylic acids to control formation of HOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH which was hard to sep. from the products. Thus, HCl was introduced into a mixture of 106 parts II (R = OH) and 2.3 parts caproic acid at 110° for 10 h to give I (R = OH) at 80.3% conversion and 48.4% selectivity.</p>				

L2 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2008 THE THOMSON CORP on STN  
AN 1987-338139 [48] WPIDS  
DNC C1987-144454 [21]  
TI High yield, selective preparation of chlorinated ether(s) - by treating  
corresp. alcohol(s) with hydrogen chloride in presence of carboxylic  
acid(s)  
DC E16  
IN HIDA T; KITAMURA S; UEMURA S  
PA (NISS-N) NISSO YUKA KOGYO KK  
CYC 1  
PIA JP 62242638 A 19871023 (198748)\* JA 5[0] <--  
ADT **JP 62242638 A** JP 1986-85692 19860414  
PRAI JP 1986-85692 19860414  
AN 1987-338139 [48] WPIDS  
ED 20050426  
DNC C1987-144454 [21]  
TI High yield, selective preparation of chlorinated ether(s) - by treating  
corresp. alcohol(s) with hydrogen chloride in presence of carboxylic  
acid(s)  
DC E16  
IN HIDA T; KITAMURA S; UEMURA S  
PA (NISS-N) NISSO YUKA KOGYO KK  
CYC 1  
PI JP 62242638 A 19871023 (198748)\* JA 5[0] <--  
ADT **JP 62242638 A** JP 1986-85692 19860414  
PRAI JP 1986-85692 19860414  
IPCR B01J0031-00 [I,A]; B01J0031-00 [I,C]; B01J0031-04 [I,A]; B01J0031-04  
[I,C]; C07B0061-00 [I,A]; C07B0061-00 [I,C]; C07C0041-00 [I,A];  
C07C0041-00 [I,C]; C07C0041-22 [I,A]; C07C0043-00 [I,C]; C07C0043-12  
[I,A]; C07C0043-13 [I,A]; C07C0067-00 [I,A]; C07C0067-00 [I,C]  
AB JP 62242638 A UPAB: 20050426  
Preparation of chlorinated ether of formula  $\text{RCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$  (I) is effected by  
chlorinating ether  $\text{RCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  (II) with hydrogen chloride in  
presence of carboxylic acid. R = OH or Cl.  
Pref. 1-15 aliphatic- or 6-15C alicyclic- or 7-15C aromatic-cpd. with one  
or more carboxyl gps., i.e., mono- and/or poly-carboxylic acid, amino  
acid, acid anhydride or ion-exchange resin etc. are used to obtain (I)  
selectively. Ratio of (III)/(II) is 0.1-10 weight%, especially 0.5-5 weight%.  
Chlorination is carried out at 50-150 deg. C, especially 80-120 deg. C by using  
gaseous hydrogen chloride in presence of (III) and accelerator, Lewis  
acids such as aluminum chloride, zinc chloride etc.  
USE/ADVANTAGE - (I) is useful as intermediate to various chemicals.  
High purity (I) is prepared by simple procedure in high yield and  
selectivity by using (III) in chlorination.  
IT UPIT 20050426  
1-RCT; 125-RCT; 129610-RCT; 130709-RCT; 130964-RCT; 131251-RCT;  
131904-RCT; 132060-RCT; 132322-RCT; 132795-RCT; 133258-RCT; 133392-RCT;  
135354-RCT; 159-RCT; 180172-RCT; 188935-RCT; 224718-RCT; 243-RCT;  
2452-RCT; 278364-RCT; 278368-RCT; 278370-RCT; 2849-RCT; 3236-RCT; 340-RCT;  
61-RCT; 6680-CMP; 681-RCT; 709-RCT; 87074-RCT; 871-RCT; 9-RCT; 99990-RCT  
FS CPI  
MC CPI: E10-E04F; E10-H01C; N05-E03  
CMC UPB 20050426  
DRN: 0247-S 0930-S 1677-S 1703-S 1704-S  
DCR: 1-S 125-S 129610-S 130709-S 130964-S 131251-S 131904-S 132060-S  
132322-S 132795-S 133258-S 133392-S 135354-S 159-S 180172-S 188935-S

224718-S 243-S 2452-S 278364-S 278368-S 278370-S 2849-S 3236-S 340-S  
 61-S 681-S 709-S 87074-S 871-S 9-S 99990-S  
 M3 \*01\* H401 H481 H5 H581 H6 H602 H608 H681 H689 H8 M280 M312 M322 M332  
 M342 M362 M383 M391 M392 M416 M620 M720 N209 N242 N309 N322 N441  
 N442 N513 M903 M904  
 MCN: 8748-C7401-P  
 DCR: 6680-M  
 M3 \*02\* M414 M415 M416 M423 M730 Q421 M903  
 DCR: 6680-M

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **62242638 A**(43) Date of publication of application: **23.10.87**

(51) Int. Cl.

**C07C 43/12**  
**B01J 31/04**  
**C07C 41/22**  
**C07C 43/13**

(21) Application number: **61085692**(22) Date of filing: **14.04.86**(71) Applicant: **NISSO YUKA KOGYO KK**

(72) Inventor: **KITAMURA SATOSHI**  
**UEMURA SHOJI**  
**HIDA TAKASHI**

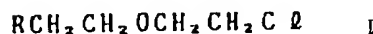
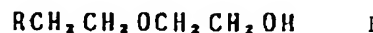
(54) **PRODUCTION OF CHLORINATED ETHER  
 COMPOUND**

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&amp;Japio

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled compound useful as a raw material for organic industries advantageously, by hydrochlorinating hydroxyl group of diethylene glycol and 2-(2'-chloroethoxy)ethanol with hydrogen chloride in the presence of a carboxylic acid such as acetic acid, adipic acid, etc.

CONSTITUTION: In chlorinating hydroxyl group of an ether compound shown by formula I (R is OH or Cl), namely, diethylene glycol and 2-(2'-chloroethoxy) ethanol,, with hydrogen chloride, preferably 0.1W10wt% based on the compound shown by formula I of one or more carboxylic acids (e.g. benzoic acid, caproic acid, etc.) selected from carboxylic acid, especially 1W15C mono- or polycarboxylic acids, 6W15C alioyclic mono- or polycarboxylic acids, 7W15C aromatic mono- or polycarboxylic acids and hetero ring-containing mono- or polycarboxylic acids is present to give a chlorinated compound [e.g. 2-(2'- chloroethoxy)ethanol, etc.] shown by formula II.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-242638

⑪ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)10月23日

C 07 C 43/12

B 01 J 31/04

C 07 C 41/22

43/13

7419-4H

Z-7158-4G

A-7419-4H 審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 塩素化エーテル化合物の製造方法

⑮ 特 願 昭61-85692

⑯ 出 願 昭61(1986)4月14日

⑰ 発 明 者 北 村 悟 志 千葉県君津郡袖ヶ浦町蔵波台5丁目23番地の6

⑱ 発 明 者 植 村 昭 治 市原市辰巳台東5丁目7番地の1

⑲ 発 明 者 飛 田 俊 市原市桜台2丁目25番地の4

⑳ 出 願 人 日曹油化工業株式会社 東京都中央区日本橋本町4丁目8番15号

明 細 書

選ばれる1種又は2種以上のカルボン酸である  
特許請求の範囲第1項記載の方法。

1. 発明の名称

塩素化エーテル化合物の製造方法

3. 存在させるカルボン酸の量が前記一般式〔I〕に  
て示される化合物に対して0.1乃至10重量%であ  
る特許請求の範囲第1項又は第2項記載の方法。

2. 特許請求の範囲

1. 下記一般式〔I〕にて示されるエーテル化合物の

水酸基を

$RCH_2CH_2OCH_2CH_2OH$  -----〔I〕

〔ここにRは水酸基又は塩素原子を示す。〕

塩化水素を用いて塩素化するに際し、カルボン

酸を存在させることを特徴とする下記一般式〔II〕

$RCH_2CH_2OCH_2CH_2Cl$  -----〔II〕

〔ここにRは前述と同じ。〕

にて示される塩素化エーテル化合物の製造方法。

2. 存在させるカルボン酸が、炭素数1乃至15の脂  
肪族モノ又はポリカルボン酸、炭素数6乃至15の  
脂環族モノ又はポリカルボン酸、炭素数7乃至15  
の芳香族モノ又はポリカルボン酸及びヘテロ環  
を持つモノ又はポリカルボン酸からなる群から

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は有機工業原料として有用な塩素化エーテル  
エーテル類の有利な製造方法に関する。

「従来技術」

アルコール性水酸基を塩素化するにあたり従来か  
ら塩化チオニル、三塩化リン、五塩化リン、オキシ  
塩化リン等を用いる方法が実用化されており、これ  
らの方法を用いてアルキレングリコール、クロロアル  
キルオキシアルコール等の水酸基を塩素化するこ  
ともよく知られている。しかしながら、この様な方  
法にあっては前述の如き塩素化剤が高価である上に、  
該塩素化剤中の塩素の利用率が低い他、毒性、取扱  
い上の危険性が大きいことあるいは反応後に多量の

廃棄物が発生すると云った如き欠点が存在した。

一方、ジエチレングリコールの水酸基を塩素化し2-(2'-クロロエトキシ)エタノールを有利に製造するに際し、上記の如き欠点を回避するべく塩素化剤として塩化水素を用いる方法が特開昭58-67638号公報及び特開昭58-109441号公報に開示されている。

しかしながら、前者に用いられるジエチレングリコールの如きエーテルにあっては、塩化水素によって主鎖が切断され、目的とする化合物との分離が難しいエチレングリコールがかなりの量で副生する傾向が著しく、目的とする2-(2'-クロロエトキシ)エタノールの収率が低下し好ましくなく、更に後者にあっては2-(2'-クロロエトキシ)エタノールからこの副生グリコールを分離することが難しいためこれを精製するためには特定の抽出剤を用いて抽出し、更に蒸留を行って精製すると云った如き複雑な操作が不可避であった。

更に、この2-(2'-クロロエトキシ)エタノールを塩化水素を用いて塩素化しジ(2-クロロエチル)エーテルを製造する場合にも上記と同様にエチレングリ

コールが副生し、これを目的とする2-(2'-クロロエトキシ)エタノールから分離することが難しかった。「発明が解決しようとする問題点」

以上の点を考慮し、特定の塩素化エチルエーテルを製造するに際し、たとえ該塩素化剤として塩化水素を用いてもエチレングリコールの如き目的とする製品との分離が難しい副生物が極めて少なくなり、従って製品の精製が容易となる方法を得るべく検討した。

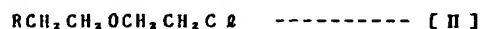
「問題を解決するための手段」

すなわち、本発明は下記一般式〔I〕にて示されるエーテル化合物の水酸基を



〔ここにRは水酸基又は塩素原子を示す。〕

塩化水素を用いて塩素化するに際し、カルボン酸を存在させることを特徴とする下記一般式〔II〕にて



〔ここにRは前述と同じ。〕

示される塩素化エーテル化合物の製造方法である。

本発明にて使用する原料である上記の一般式〔I〕

にて示される化合物は具体的にはジエチレングリコール及び2-(2'-クロロエトキシ)エタノールであり、これらは本発明方法に従い塩素化され前者は2-(2'-クロロエトキシ)エタノール及び後者はジ(2-クロロエチル)エーテルとなる。

本発明にて使用される塩素化剤は前述の如く塩化水素であるが、使用時にあっては単体あるいは水溶液、言い替えるなら塩酸の形態どちらでもよいが、単体で用いる方が目的とする生成物の選択性が向上し、好ましい。

本発明で使用するカルボン酸は前述した様に、-COOH基を有するものであれば如何なるものでもよいが、好ましくは炭素数1-15の脂肪族モノ又はポリカルボン酸、炭素数6-15の脂環族モノ又はポリカルボン酸、炭素数7-15の芳香族モノ又はポリカルボン酸及びヘテロ環を持つモノ又はポリカルボン酸であり、これらの例として蟻酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、カブロン酸、ラウリン酸、シュウ酸、マロン酸、アジピン酸、セバシン酸、ドデカン2酸、アクリル酸、クロトン酸等の脂肪族カルボン酸類；

シクロヘキサジカルボン酸類、シクロドデカンモノカルボン酸等の脂環族カルボン酸類；安息香酸、トルイル酸、テレフタル酸、トリメリット酸、オキシ安息香酸類、ナフタリンカルボン酸等の芳香族カルボン酸類を挙げることができる。これらのカルボン酸残基はハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、水酸基、メルカプト基、芳香族基及びシアノ基等で置換されたものでもよい。更に、これらのカルボン酸として、アミノ酸；フラン、チオフエン、ピロール、ピリジン等の各種複素環をもつカルボン酸も好ましく用いられる。更に、ポリアクリル酸等のカルボン酸分類を持つ重合体或いはカルボン酸型各種イオン交換樹脂、これらの酸無水物、塩化物及びエステル等の若しく活性化された誘導体を使用することも出来る。

上記のカルボン酸或は誘導体の使用量は原料である前記一般式〔I〕にて示される化合物に対して0.1-10重量%、好ましくは0.5-5重量%である。

本発明方法を実施するに当っては特に方法の限定はないが、例えば前記一般式〔I〕式にて示される化

合物中に連続的或は断続的に塩化水素を添加する方法、同化合物と塩化水素の混合物を反応系に供給する連続方式等を例示することができる。又、更に、必要ならば該反応に不活性な溶媒或は前記のカルボン酸に加えて他の添加物或は触媒を該反応系に存在させることも可能である。

用いることの出来る溶媒としてはハロゲン化炭化水素、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、ベンゼン、トルエン及びキシレン等の各種炭化水素類等を例示することができる。

又、カルボン酸以外の添加物としては、反応促進のためのルイス酸、例えばアルミニウム、亜鉛、鉄、錫、チタン、アンチモン及びマグネシウム等の金属ハロゲン化物等を例示出来る。

反応温度は50-150℃、特に80-120℃が好ましく、50℃未満では反応が極めて遅く、150℃を超える温度では不純物の副生が著しくなり、又炭化物の発生も見られ、共に好ましくない。

反応圧力には特に限定はなく、減圧下-加圧下の如き広い範囲での反応が可能であるが、反応速度を

かくして本発明方法に従って製造された反応混合物に塩化水素が残存していれば、これを減圧下に追い出すか、エチレンオキシド等の添加によってエチレンクロロヒドリンとするか、或は塩基性の化合物によって中和するかした後蒸留等の公知方法によって目的とする2-(2'-クロロエトキシ)エタノール或はジ(2-クロロエチル)エーテルを単離して製品とすればよい。

#### 「実施例」

以下に実施例及び比較例を挙げ本発明を更に詳しく説明するが、これらに限定されるものではない。尚、以下の記述に於いて「部」と記すのは特に限定のない限り重量部を示す。

#### 実施例 1

200容量部のガラスフラスコにジエチレングリコール106部、酢酸1.2部を加え、温度計、攪拌機、コンデンサーを取付けて攪拌、加熱した。フラスコ内の温度が100℃になった時点で塩化水素ガスを1時間当り9.6部の速度で5時間導入し、反応させた。

考慮すれば若干の加圧下に反応を進めることが好ましく、通常5 kg/cm<sup>2</sup>・Gの圧力以下で充分である。

本発明方法にあっては前述の如く塩素化剤は塩化水素であり、この使用量は本方法の実施態様によって変化させるべきである。例えば、前記一般式[1]にて示される化合物、即ちジエチレングリコール又は2-(2'-クロロエトキシ)エタノールと前述の如きカルボン酸の混合物に塩化水素を添加する方法を想定すると、該水酸基含有化合物のすべてが反応に供される迄塩化水素を添加しても良いが、あまり反応を進め過ぎると、ジエチレングリコールからは主鎖切断によりエチレンクロロヒドリンの副生が著しくなり、2-(2'-クロロエトキシ)エタノールからは二塩化エタンの副生が著しくなる傾向にあるので、塩化水素の添加量は反応後の目的とする生成物及び副生物(このものも場合によっては単離することによって有用な化合物として利用される。)の組成を考慮して決定すべきである。同様に塩化水素の添加速度、反応温度及び反応圧力も上記組成に影響を与えるのでこれらは総合して勘案し決定すべきである。

反応終了後80℃迄冷却し、系を減圧となし、100 mmHgで30分間塩化水素ガスを追いだした。この時点での反応液重量は136.1部であり、これをガスクロマトグラフにて分析した所、

ジエチレングリコール	37.6 wt%
2-(2'-クロロエトキシ)エタノール	28.2 wt%
エチレンクロロヒドリン	17.6 wt%
ジ(2-クロロエチル)エーテル	3.5 wt%
及び	

エチレングリコール	0.3 wt%
-----------	---------

の組成でありエチレングリコールの生成が極めて少なかった。

上記結果から計算されたジエチレングリコールの転化率は51.7%であり、2-(2'-クロロエトキシ)エタノールの選択率は59.6%、エチレンクロロヒドリンの選択率は28.7%であった。

この反応液に炭酸ナトリウム2.3部を加えて過剰の塩化水素を中和し、長さ30cmのウイドマー型精溜塔を用いて精溜した所、純度99.3%、エチレングリコール含有率0.5%の2-(2'-クロロエトキシ)エタノ



ールが38.2部得られた。用いたジエチレングリコールに対する収率は30.7%であった。

#### 比較例 1

酢酸の添加を行わず、実施例1をくりかえした。

反応液を分析した所、ジエチレングリコールの転化率は45.3%、2-(2'-クロロエトキシ)エタノールの選択率は51.8%、及びエチレンクロロヒドリンの選択率は28.2%であった。更に、エチレングリコールの含有率は3.2wt%と高かった。

この反応液を実施例1と同様の方法で精溜した所、2-(2'-クロロエトキシ)エタノールが36.7部得られたが、エチレングリコールの含有率は2.9%と高かった。しかも、用いたジエチレングリコールに対する収率は10.6%と低かった。

#### 比較例 2

温度計、攪拌機、ガス導入管及び環流管を有するガラスフラスコにジエチレングリコール32部をいれ、液を冷却しながらガス導入管から塩化水素ガス11部

力を常圧とした後最大圧力1.0kg/cm<sup>2</sup>・Gになる様、ひき続き導入し、全量159部の塩化水素ガスを導入するのに5時間を要した。

導入終了後、オートクレーブを開封し反応液をガスクロマトグラフを用いて分析した所、ジエチレングリコールの転化率は53.4%、2-(2'-クロロエトキシ)エタノールの選択率は60.4%、エチレンクロロヒドリンの選択率は27.8%そしてエチレングリコールの含有率は0.3wt%であった。

反応液を減圧下で脱塩化水素後引続き蒸溜、精製し、2-(2'-クロロエトキシ)エタノール199.7部(純度99.1%)を得た。この中にはエチレングリコールは0.2%しか含まれず、又、蒸溜時の収量への影響は殆どなかった。このものの用いたジエチレングリコールに対する収率は32.0%であった。

#### 実施例 3

300容量部のガラスフラスコにジエチレングリコール106部、安息香酸3.0部を加え、これに35%塩酸水溶液114部を攪拌しながら加え、100℃で4時間反

を供給し、吸収させた。次いで、100℃まで昇温後5時間100℃で反応させた。その後、冷却して反応を終了した。

この反応液の重量は41部であり、これをガスクロマトグラフで分析した所、

ジエチレングリコール	36.7wt%
2-(2'-クロロエトキシ)エタノール	26.4wt%
ジ(2'-クロロエチル)エーテル	3.6wt%
エチレングリコール	3.0wt%
エチレンクロロヒドリン	6.9wt%

の組成であり、副生物が多量に存在した。

反応液中の2-(2'-クロロエトキシ)エタノールの収率は28.9%(対ジエチレングリコール)であった。

#### 実施例 2

1000容量部のガラス製オートクレーブにジエチレングリコール530部、塩化アルミニウム5.0部及びアジピン酸5.5部を入れ、攪拌、加熱した。その後、100℃にて系内を100mm/Hgまで圧力を減じ、速やかに塩化水素ガスを60部/Hrの速度で導入し、反応圧

応させた。反応液を分析した所、ジエチレングリコールの転化率は35.6%、2-(2'-クロロエトキシ)エタノールの選択率は52.6%であり、エチレングリコールの含有率は0.5wt%であった。この反応液を減圧蒸溜して、純度99.2%の2-(2'-クロロエトキシ)エタノール23.0部を得た。このものの用いたジエチレングリコールに対する収率は18.5%であった。

#### 実施例 4

実施例2と同様の反応器に2-(2'-クロロエトキシ)エタノール623部、塩化亜鉛6.5部及びクロル酢酸を10.0部を加え、攪拌、加熱した。その後、100℃にて系内を100mm/Hgまで圧力を減じ、速やかに塩化水素ガスを60部/Hrの速度で導入し、反応圧力を常圧とした後最大圧力3.0kg/cm<sup>2</sup>・Gになる様、ひき続き導入し、全量150部の塩化水素ガスを導入するのに7時間を要した。

反応液を実施例1と同様に分析した所、2-(2'-クロロエトキシ)エタノールの転化率は46.8%、ジ(2'-クロロエチル)エーテルの選択率は62.8%、エ

チレンクロロヒドリンの選択率は25.4%、及びエチレングリコールの選択率は0.2%であった。

#### 実施例 5-8

実施例 1と同様の反応器にジエチレングリコール106部を入れ、第2表に示す条件で反応を行い、得られた結果を第2表に示した。

第1表

実施例	カルボン酸 (部)	塩化水素ガス 投入量 (部)	反応条件 (温度×時間) (℃)	DEG* 転化率(%)	CEE** 転化率(%)	EG*** 転化率(%)
5	カブロン酸 2.3	71.4	110×10 (℃)	80.3	48.4	0.6
6	シクロヘキサ ジカルボン酸 1.7	38.8	95×3 (℃)	47.6	61.3	0.2
7	ニコチン酸 1.2	41.7	100×4 (℃)	51.4	58.8	0.3
8	メルカプト プロピオン酸 1.1	42.3	90×5 (℃)	46.8	63.2	0.2

\*DEG : ジエチレングリコール、CEE : 2-(2'-クロロエトキシ)エタノール EG : エチレングリコール  
をします。

#### 「発明の効果」

本発明方法を用いて、水酸基含有塩素化エーテルを塩化水素で持って塩素化しても該エーテルの主鎖の切断が少なくなり、依って該エーテルとの分離の難しい副生物の生成が少なくなり、純度の高い該エーテルが収率良く得られる。

特許出願人

日曹油化工業株式会社